DE 10114341

2/3,AB,LS/1
DIALOG(R)File 351:Derwent WPI
(c) 2005 Thomson Derwent. All rts. reserv.

014987348

WPI Acc No: 2003-047863/ 200305

XRAM Acc No: C03-012387 XRPX Acc No: N03-037658

Milling and bleaching natural cellulosic material, giving products used for paper or cardboard manufacture or as a dietary fiber, comprises hydrogen peroxide treatment at high solids level in a hammer or centrifugal mill

Patent Assignee: RETTENMAIER & SOEHNE GMBH & CO J (RETT-N)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Week DE 10114341 A1 20021010 DE 1014341 Α 20010323 200305 B DE 10114341 C2 20031002 DE 1014341 Α 20010323 200366

Priority Applications (No Type Date): DE 1014341 A 20010323 Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

DE 10114341 A1 6 D21C-009/16

DE 10114341 C2 D21C-009/16

Abstract (Basic): DE 10114341 A1

Abstract (Basic):

NOVELTY - Milling and bleaching particles (I) of comminuted natural cellulose material using hydrogen peroxide (II) as bleaching agent, comprises that (I) are treated with (II) at a solid content of more than 60 % (preferably more than 75 %) and ground in a high-speed hammer or centrifugal mill during the bleaching.

DETAILED DESCRIPTION - INDEPENDENT CLAIMS are also included for the following:

- (a) bleached fibers of pine-wood with a fiber length of 50 150 micrometers, a bulk density of 90 130 g/l and a degree of whiteness of 65 69 % ISO;
- (b) bleached pine-wood flour with a 32 micrometer sieve residue of less than 5 %, a D50 of 15 20 micrometers, a bulk density of 220 330 g/l and a degree of whiteness of 67 72 % ISO;
- (c) bleached walnut shell flour with a particle size of 300 800 micrometers, a bulk density of 350 500 g/l and a degree of whiteness of 54 68 % ISO;
- (d) bleached alpha-cellulose obtained from hardwood extraction residues, with a degree of whiteness of 78 % ISO at an alpha-cellulose content of more than 90 %; and
- (e) bleached, partly soluble cereal fibers obtained from optionally extracted, demineralized cereal residues, rice straw or oat husks reacted with nitric, sulfuric and/or other mineral acid.
- USE The method is used for milling and bleaching particles (I) of comminuted natural cellulose material (claimed), which are used:
- (i) as products obtained from bark-free softwood (pine or fir), de-inking material or industrial cellulose as partial replacement for wood chip and CTMP in the cardboard industry;
 - (ii) as reinforcing fibers in the paper industry;
 - (iii) as products with a fiber length of 50 150 micrometers or

- 150 600 micrometers in paper manufacture, in pulping and dispersing in the cardboard industry or as an extender for de-inking material;
- (iv) in the production of paper, cardboard boxes or similar packaging, decorative paper, paper chemicals, copying paper, polyurethane leather, welding electrodes, plastics films, biopolymers, polypropylene extrudates and laminating resins;
- (v) as fibers obtained from cereal straw, oat, spelt or rice husks, Psyllium seeds or soya shells, which have been mechanically purified, washed and freed of starch, as a dietary fiber, thickener in dietary fiber drinks or in nutritional supplements;
- (vi) in settling filtration or as dewatering and pressing auxiliary in the food industry;
- (vii) for the production of microcrystalline cellulose (MCC) for the pharmaceutical industry (direct tableting), for polyurethane leather or for the production of cellulose gels from MCC;
 - (viii) for handwashing pastes or for tumbling metal parts; and
- (ix) for the production of MCC-based cereal fiber gels, as a synergist for xanthan, carboxymethyl cellulose and other conventional hydrocolloids.

ADVANTAGE - Carrying out the bleaching/milling process at a high solids content improves the bleach utilization, the throughput and the fineness of the product.

pp; 6 DwgNo 0/0



BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND**

Offenlegungsschrift ® DE 101 14 341 A 1

⑤ Int. Cl.⁷: D 21 C 9/16 D 21 B 1/16



PATENT- UND MARKENAMT (1) Aktenzeichen: 101 14 341.9 ② Anmeldetag: 23. 3.2001 (3) Offenlegungstag: 10. 10. 2002

(71) Anmelder:

J. Rettenmaier & Söhne GmbH + Co, 73494 Rosenberg, DE

(74) Vertreter:

König · Palgen · Schumacher · Kluin, 40549 Düsseldorf

② Erfinder:

Antrag auf Nichtnennung

66 Entgegenhaltungen:

DE 26 06 718 B2 DE 12 31 104 B US 55 27 432 US 49 97 488 40 29 543 US

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- (A) Verfahren zum Vermahlen und Bleichen von cellulosehaltigem Material
- Bei einem Verfahren zum Vermahlen und Bleichen von zu Partikeln verkleinertem cellulosehaltigem Material mit einem Bleichmittel wie Wasserstoffperoxid werden die Partikel bei einem Feststoffgehalt von mehr als 60% mit dem Bleichmittel versetzt und in einem Gasstrahl hoher Geschwindigkeit suspendiert durch gegenseitigen Anprall und Abrieb während der Einwirkung des Bleichmittels vermahlen.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren der dem Oberbegriff des Anspruchs 1 entsprechenden Art sowie einer Reihe von Verwendungen der nach diesem Verfahren hergestellten Produkte.

[0002] Ein gattungsgemäßes Verfahren geht aus der US-PS 4 029 543 hervor. Bei dem bekannten Verfahren werden Holzfasern in einem Schleifer freigesetzt und bilden eine faserige Pulpe. Diese Pulpe wird mit einem Peroxid enthaltenden Bleichmittel als einzigem Bleichmittel behandelt. Die mechanische Freisetzung der Fasern erfolgt in Gegenwart der verbrauchten Bleichflüssigkeit aus der Peroxid-Bleichstufe.

[0003] Das bekannte Verfahren ist im Hinblick auf den Bleichmittelverbrauch und die Durchsatzleistung sowie die Feinheit des entstehenden gebleichten Produkts verbesserungsfähig.

[0004] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, diese Verbesserungen des bekannten Verfahrens zu Wege zu bringen.

[0005] Diese Aufgabe wird durch die in Anspruch 1 wiedergegebene Erfindung gelöst.

[0006] Es wurde gefunden, dass bei dem erfindungsgemäßen Verfahren das Ausgangsmaterial mit hoher Feststoffdichte bearbeitet werden kann, die mehr als 60%, gemäß Anspruch 2 sogar mehr als 75% betragen kann. Der Rest auf 100% ist Wasser, das zum Teil aus dem Material, z. B. dem Holz, selbst stammt, zum Teil aus dem aufgesprühten wäßrigen Bleichmittel. In vielen Fällen reicht das im Holz vorhandene Wasser schon aus und bedarf es keiner reinen Wasserzugabe. Die mit dem Bleichvorgang gleichzeitige Vermahlung öffnet ständig neue Bruch- oder Trennflächen der Partikel, die von dem Bleichmittel benetzt werden. Es erfolgt also eine durchgreifende Bleiche des ganzen Volumens der Partikel bei gleichzeitiger Verringerung der benötigten Bleichmittelmenge, was nicht nur eine wirtschaftliche, sondern auch eine Bedeutung für die Entsorgung und Umweltbelastung hat. Die Mahlung muss allerdings in einer bestimmten Weise erfolgen, die an das Mahlgut "Partikel aus natürlichem cellulosischen Material" angepaßt ist. Diese Partikel sind weder gummiartig noch so spröde wie mineralisches Material. Mit Schneidmühlen und Strahlmühlen läßt sich der erfindungsgemäße Effekt nicht erreichen. Für Ausgangsmaterialien einer gewissen mittleren Härte oder Weichheit, wie man sie bei natürlichen cellulosischen Materialien wie z. B. Holz vorauszusetzen hat, kommen vielmehr Schlag- und Schleudermühlen in Betracht, die auf einem Rotor sitzende, mit hoher Geschwindigkeit umlaufende Mahlorgane wie Schlagleisten, Hämmer, Arme, Stifte oder Nasen aufweisen, die das Aufgabegut im Flug durch Schlag und Prall, nicht aber schneidend oder durch Druck gegen eine Unterlage zerkleinern. Zur Frage der Mühlen wird auf das Buch von Vauck und Müller "Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik" 10. Auflage (1994) Deutscher Verlag für die Grundstoffindustrie Leipzig Stuttgart S. 324-328 verwiesen.

[0007] Der hohe Feststoffgehalt beim Mahlen hat die Wirkung, daß die Mahlung wesentlich intensiver erfolgt als etwa in einer wäßrigen Phase. Es handelt sich um eine fast trockene Mahlung. Die gleichzeitige Einwirkung erheblicher mechanischer und chemischer Energie auf die Partikel liefert eine Vielzahl von Bruch- und Trennflächen, somit eine Erhöhung der Oberfläche und ein Diffundieren der Bleichmittel in das Innere der Partikel. Die Bleichbehandlung erfaßt das ganze Partikel-Volumen.

[0008] Ein wichtiger Aspekt der Erfindung ist Gegenstand des Anspruchs 3, wonach die Vermahlung derart erfolgt, dass die Partikel kurzzeitig einer starken Temperaturerhöhung unterzogen werden, z. B. auf 150 bis 180°C (Anspruch 4). [0009] Diese Temperaturerhöhung kann durch den Mahlvorgang zustande kommen, aber auch durch äußere Mittel unterstützt werden. Sie erhöht bedeutend die Wirksamkeit des Bleichmittels und fördert somit den Bleichvorgang. Durch die Temperaturerhöhung verdampft Wasser und nimmt die Bleichmittel-, z. B. H₂O₂-Konzentration, an den Partikeln zu. [0010] Gemäß Anspruch 5 empfiehlt es sich, dass der bleichenden Vermahlung eine Windsichtung überlagert ist. Im Falle des H₂O₂ durchläuft dieses mehrere reaktive Zwischenstufen und zerfällt an den Partikeln, so daß kein Problem mit mit verbleibenden Restmengen von H₂O₂ entstehen,.

[0011] Die bleichende Vermahlung erfolgt in einem kontinuierlichen Prozess, wobei der Mühle ständig Ausgangsmaterial zugeführt und ständig gebleichtes Produkt aus der Mühle abgezogen wird. Um zu vermeiden, dass der Mahlvorgang, der mit einem vielmaligen Umlauf des Produkts durch die Mühle einher geht, durch mitgeschleppte nicht zerkleinerbare größere Partikel belastet wird, müssen letztere fortlaufend aus dem Mahlgut ausgesondert werden, was durch die Windsichtung geschieht.

[0012] Die Vermahlung kann vorteilhaft gemäß Anspruch 6 in einer Mühle erfolgen, die beim Mahlvorgang viel Luft durchzieht, um die Trocknung des Mahlguts noch in der Mühle voranzutreiben. Auf diese Weise können in einer Maschine Bleichung, Mahlung und Trocknung erfolgen und wird ein weitgehend trockenes gegebenenfalls H₂O₂-freies Endprodukt erhalten.

[0013] Es empfiehlt sich, die der Mühle beim Mahlvorgang zugeführte Luft zu beheizen (Anspruch 7), bei Holz insbesondere so hoch, daß das Lignin des Holzes zu erweichen beginnt (Anspruch 8). Dadurch stellt sich eine in bestimmten Fällen erwünschte Fibrillierung des Materials ein.

[0014] Eine Ausgestaltung der Erfindung gemäß Anspruch 9 sieht vor, dass durch Beeinflussung des Wassergehaltes des Mahlguts innerhalb der durch die nach Anspruch 1 bzw. 2 gegebenen Grenzen des Feststoffgehalts die Ausbildung des Endprodukts gesteuert wird. So ergibt eine feuchtere Fahrweise ein wolligeres Produkt, eine trockenere Fahrweise einen höheren Anteil an Faserverkürzung und damit ein pulverigeres Produkt.

[0015] Der Einsatz an Wasserstoffperoxid kann 0,1 bis 15%, insbesondere 0,5 bis 4% betragen (Anspruch 10) und ist also relativ gering, wobei gemäß Anspruch 11 die Umsetzung des Wasserstoffperoxids 80 bis 99, 99% betragen kann, d. h. die Menge an Wasserstoffperoxid fast quantitativ zur Wirkung kommt.

[0016] Der Verbrauch an Bleichaktivator kann weniger als 0,5% betragen (Anspruch 12).

[0017] Gemäß Anspruch 13 können dem Bleichmittel weniger als 3% Alkalien oder Natriumcarbonat (Soda) sowie weitere Hilfsmittel wie TAED oder Peressigsäure zugesetzt sein.

[0018] Ein wichtiger Aspekt ist Gegenstand des Anspruchs 14, wonach die mittlere Verweilzeit in der Mühle nur 1 bis 3 Minuten beträgt.

[0019] Die Partikel verlassen die Mühle also relativ schnell, was gleichbedeutend mit einem entsprechend erhöhten

Durchsatz ist.

[0020] Vor dem Vermahlen kann eine Chemikalien- und/oder Enzymbehandlung des Ausgangsmaterials stattfinden (Anspruch 15), die das Ausgangsmaterial schon vorkonditioniert. Hierbei kann das neutrale oder schwach alkalische Ausgangsmaterial vor der Abmischung mit Wasserstoffperoxid und den Bleichaktivatoren bei 20 bis 65°C über 3 bis 90 Stunden mit handelsüblichen Xylanase-Bleichenzymen, wie sie für die Kraftzellstoffbleiche eingesetzt werden umgesetzt werden (Anspruch 16).

[0021] Xylanasen sind spezielle Hemicellulasen, welche im Holz enthaltene Polysaccharide des Typs Heteroxylan in wasserlösliche niedermolekulare Verbindungen (Pentose, Xylose) abbauen können. Dadurch wird auf dem Partikel eine größere Oberfläche geschaffen und die Wirkung der nachfolgenden Bleiche verbessert.

[0022] Es kann vorteilhaft sein, die das Ausgangsmaterial bildenden Partikel des cellulosehaltigen Materials vor dem Vermahlen zu verdichten (Anspruch 17).

[0023] Diese Verdichtung kann über eine Pelettpresse mit Ring- oder Flachmatritze, über einen Granulier-Kompaktor, eine Brikettieranlage oder über Walzendruck erfolgen.

[0024] Die als cellulosehaltiges Material eingesetzten Ausgangstoffe können sehr vielfältiger Natur sein. Ein wesentliches Beispiel für als Ausgangsstoff in Betracht kommendes cellulosehaltiges Material ist Holz (Anspruch 18), insbesondere rindenfreies Fichte- oder Tannenholz (Anspruch 19), weil sich dieses leicht mahlen bzw. fibrilieren lässt. Es kommen aber auch Stroh (Anspruch 20), Getreideschalen (Hafer, Reis, Dinkel), Walnuss-Schalenmehl (Anspruch 22) oder Einjahrespflanzen (Anspruch 23) in Betracht, wobei letztere gemäß Anspruch 24 Roh-Baumwolle, alkalisch extrahierte Roh-Baumwolle, Ramie, Sisal, Jute, Weizenstroh, Olivenkernmehl, Kokosschalenmehl, Kokosfaser, Kaffeebohnen- oder Kakaoextrakt-Rückstand sowie Hartgräser umfassen.

[0025] Gemäß Anspruch 25 können auch bereits bearbeitete Cellulosen verwendet werden, z. B. extrahierte Cellulose (EFC), Deinking-Stoff oder technische Cellulosen aus der Papier-, Zellstoff-, Karton- oder Hygieneartikel-Industrie. Auch können gemäß Anspruch 27 demineralisierte Getreidereste, Reis, Stroh und ähnliche Materialien eingesetzt werden, wie sie in der Futtermittel-Industrie als Extraktrückstand anfallen.

20

45

[0026] Ebenso vielfältig wie die möglichen Ausgangsmaterialien des erfindungsgemäßen Verfahrens sind die Verwendungen der Verfahrensprodukte.

[0027] So kann gemäß Anspruch 28 ein aus rindenfreien Weichholz-Chips (Fichte, Tanne), Deinking-Stoff oder technischer Cellulose mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens gewonnenes Produkt als Holzschliff- und CTMP-Teilersatz für die Kartonagen-Industrie dienen.

[0028] Gemäß Anspruch 29 kann eine nach dem erfindungsgemäßen Verfahren aus Fichtenholz gewonnenes Produkt mit 50 bis 150 µm Faserlänge, einen Schüttgewicht von 90 bis 130 g/L sowie einem Weißgrad von 65 bis 69% ISO als Armierungsfaser bei der Papierherstellung dienen. Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren gebleichte und gemahlte Holzfasern der Faserlänge von 50 bis 150 µm respektive 150 bis 600 µm können auch Papiermaschienen, auf Pulpern und Dispergern der Kartonagen-Industrie sowie als Extender für Deinking-Stoffe eingesetzt werden.

[0029] Ein nach dem erfindungsgemäßen Verfahren gewonnenes Fichtenholzmehl mit weniger als 5% Siebrückstand auf 32 µm, D₅₀ 15 bis 20 µm, 220 bis 330 g/L Schüttgewicht und einem Weißgrad von 67 bis 72% ISO kann gemäß Anspruch 31 bei der Herstellung von Papier, Faltschachtelkarton, sonstigem Verpackungskarton, für Dekorpapier, Papierchemikalien, Durchschreibepapier, Polyurethan-Leder, Schweißelektroden, Kunststoff-Folien, Biopolymere, PP-Extrudate und Laminierharze eingesetzt werden.

[0030] Eine nach dem erfindungsgemäßen Verfahren gewonnene Getreidefaser aus demineralisierten, mit Salpetersäure, Schwefelsäure und/oder anderen Mineralsäuren umgesetzten Getreideresten, Reisstroh, Haferspelzen gewonnenes Produkt kann gemäß Anspruch 32 als diätetische Lebensmittelfaser, als Verdicker in Ballaststoff-Drinks sowie für Nahrungsergänzungsmittel-Tabletten eingesetzt werden.

[0031] Die gleichen Getreidefasern können in der Anschwemmfiltration sowie als Entwässerungshilfsmittel oder Presshilfsmittel in der Lebensmittelindustrie eingesetzt werden.

[0032] Gemäß Anspruch 34 kann eine α-Cellulose, welche nach dem erfindungsgemäßen Verfahren aus Hartholz-Extraktionsrückstand gewonnen wurde und ein Weißgrad von mindestens 78% ISO bei einem α-Cellulosegehalt von über 90% aufweist, für die Herstellung von mikrokristalliner Cellulose (MCC), insbesondere für die Pharma-Industrie (Direkttablettierung) sowie für PU-Leder eingesetzt werden.

[0033] Gemäß Anspruch 35 kann eine solche α-Cellulose auch für die Herstellung von Cellulosegelen aus mikrokristalliner Cellulose eingesetzt werden.

[0034] Gemäß Anspruch 36 kann ein feines hell-beiges Walnuss-Schalenmehl mit 300 bis 800 µm Partikelgröße und einem Schüttgewicht von 350 bis 500 g/L sowie einem Weißgrad von 54 bis 68% ISO vorteilhaft für Handwaschpasten sowie für die Rommelung von Metallteilen Verwendung finden.

[0035] Gemäß Anspruch 37 kann eine teilweise lösliche Getreidefaser aus demineralisierten, mit Salpetersäure, Schwefelsäure und/oder weiteren Mineralsäuren umgesetzten Getreideresten, Reisstroh, Haferspelzen, die auch extrahiert sein können für die Herstellung von Getreidefasergelen auf MCC-Basis als Synergist zu Xanthan, CMC und anderen handelsüblichen Hydrokolloiden Anwendung finden.

[0036] Die Erfindung bezieht sich auch auf einige spezielle Produkte, die nach dem Verfahren eines der Ansprüche 1 bis 37 gewonnen wurden.

[0037] Gemäß Anspruch 38 handelt es sich um eine Armierungsfaser für die Papierherstellung, welche aus Fichtenholz gewonnen worden ist, eine Faserlänge von 50 bis 150 µm, ein Schüttgewicht von 90 bis 130 g/L sowie einen Weißgrad von 65 bis 69% ISO aufweist.

[0038] Ein weiteres derartiges Produkt ist gemäß Anspruch 39 ein mikrofeines hellbeiges Fichtenholzmehl mit < 5% Siebrückstand auf 32 μ m, D₅₀ 15 bis 20 μ m, 220 bis 330 g/L Schüttgewicht und einem Weißgrad von 67 bis 72% ISO. [0039] Anspruch 40 ist auf ein feines hell-beiges Walnuss-Schalenmehl mit 300 bis 800 μ m Partikelgröße, 350 bis 500 g/l Schüttgewicht und einem Weißgrad von 54 bis 68% ISO gerichtet.

[0040] Anspruch 41 betrifft eine rohweiße \(\alpha \)-Cellulose aus Hartholz-Extraktionsr\(\text{uckstand mit einem Wei\text{ggrad yon}} \)

mindestens 78% ISO bei einem α-Cellulosegehalt von über 90%.

5

[0041] Anspruch 42 betrifft eine rohweiße teilweise lösliche Getreidefaser aus demineralisierten, mit Salpetersäure, Schwefelsäure und/oder weiteren Mineralsäure umgesetzten Getreideresten sowie Reisstroh und Haferspelzen, die auch extrahiert sein können.

Ausführungsbeispiel

[0042] In einem Produktionsversuch zur Bleiche von Fichtenholz wurde eine Charge von 2750 kg peroxidgebleichten Holzfasern hergestellt.

[0043] Rohstoff: grobe rindenfreie Fichtenholz-Partikel (1–5 mm), mit einer Mischung aus Wasserstoffperoxid (35%ig) und verdünnter TAED-Soda-Lösung vorbehandelt (Schüttgewicht-Mischung 131 g/L, Feuchte 22%). Die Einsatzmenge in der Behandlungslösung betrug 3–4% techn. Wasserstoffperoxid + 0,5% TAED + 0,5% Natriumcarbonat, jeweils bezogen auf den Feststoff, d. h. auf die Trockenstoffmenge Holz. Die Behandlungslösung wurde auf die Holzpartikel aufgesprüht. Einwirkzeit vor der Vermahlung: wenige Minuten. Durchsatz 250 kg/Std. Die Vermahlung erfolgte auf einer Hammermühle.

	Fichtenholz-		Rohstoff	gebleichte
	<u>faser</u>			Holzfaser
20	Schüttgewicht	a / I		440.400
	_	g/L		110-120
25	Feuchte	%	ca. 10 %	6,3
	Asche	% otro	ca. 0,3	ca. 0,3
	pH-Wert		4,5	4,7
30	Weiße	% ISO	ca. 50-55	65-70
	Luftstrahlsieb:			
35	> 32 µm	%		ca. 70
	> 100 µm	%		ca. 20
	> 200 µm	%	>90 %	0
	> 1000 µm	%	ca. 50 %	
40				
			1	•

Patentansprüche

- 1. Verfahren zum Vermahlen und Bleichen von zu Partikeln zerkleinertem natürlichem cellulosischen Material mit einem Bleichmittel wie Wasserstoffperoxid, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Partikel des Materials bei einem Feststoffgehalt von mehr als 60% mit dem Bleichmittel versetzt und während der Einwirkung des Bleichmittels in einer mit hoher Geschwindigkeit umlaufenden Mahlorgane aufweisenden Schlag- oder Schleudermühle vermahlen werden.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Vermahlung bei einem Feststoffgehalt von mehr 75% erfolgt.
- 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Partikel durch die Vermahlung kurzzeitig eine starke Temperaturerhöhung erfahren.
- 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperaturerhöhung auf 150°C bis 180°C erfolgt.
- 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der bleichenden Vermahlung eine Windsichtung überlagert ist.
- 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Vermahlung in einer Mühle erfolgt, die beim Mahlvorgang viel Luft durchzieht.
- 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die der Mühle beim Mahlvorgang zugeführte Luft beheizt ist.
- 8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die der Mühle beim Mahlvorgang zugeführte Luft so hoch beheizt wird, daß in Holzpartikeln als Ausgangsmaterial das Lignin zu erweichen beginnt, so daß es zu einer Fibrillierung kommt.
- 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass durch Beeinflussung des Wassergehalts innerhalb der durch die zulässigen Feststoffgehalte gegebenen Grenzen die Ausbildung des Endprodukts gesteuert wird.

4

45

50

55

60

65

- 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass der Einsatz an Wasserstoffperoxid 0,1 bis 15%, insbesondere 0,5 bis 4,0% beträgt.
- 11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass der Umsatz an Wasserstoffperoxid 80 bis 99, 99% beträgt.
- 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Verbrauch an Bleichaktivator weniger als 0,5% beträgt.
- 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass dem Bleichmittel weniger als 3% Alkalien oder Natriumcarbonat (Soda) sowie weitere Hilfsmittel wie TAED oder Peressigsäure zugesetzt sind.
- 14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass die mittlere Verweildauer in der Mühle 1 bis 3 Minuten beträgt.

10

20

25

- 15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass vor dem Vermahlen eine Chemikalien- und/oder Enzymbehandlung des Ausgangsmaterials stattfindet.
- 16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass das neutrale oder schwach alkalische Ausgangsmaterial vor der Abmischung mit Wasserstoffperoxid und Bleichaktivatoren bei 20 bis 65°C über drei bis neunzig Stunden mit handelsüblichen Xylanase-Bleichenzymen, wie sie für die Kraftzellstoffbleiche eingesetzt werden, umgesetzt wird.
- 17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass die das Ausgangsmaterial bildenden Partikel des cellulosehaltigen Materials vor dem Vermahlen verdichtet werden.
- 18. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass als cellulosehaltiges Ausgangsmaterial Holz verwendet wird.
- 19. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass das Holz rindenfreies Fichten- oder Tannenholz ist. 20. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass das cellulosehaltige Material Stroh ist.
- 21. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass das cellulosehaltige Material Getreideschalen (Hafer, Reis, Dinkel) ist.
- 22. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass das cellulosehaltige Material Walnuss-Schalenmehl ist.
- 23. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass das cellulosehaltige Material Einjahrespflanzen sind.
- 24. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, dass die Einjahrespflanzen Roh-Baumwolle, alkalisch extrahierte Roh-Baumwolle, Ramie, Sisal, Jute, Weizenstroh, Olivenkernmehl, Kokosschalenmehl, Kokosfaser, Kaffeebohnen- oder Kakao-Extraktrückstand oder Hartgräser umfassen.
- 25. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass als cellulosehaltiges Material Cellulose-Produkte eingesetzt werden.
- 26. Verfahren nach Anspruch 25, dadurch gekennzeichnet, dass als cellulosehaltiges Material extrahierte Cellulose (EFC), Deinking-Stoff oder technische Cellulosen aus der Papier-, Zellstoff-, Karton- oder Hygieneartikel-Industrie eingesetzt werden.
- 27. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass als cellulosehaltiges Material sauer demineralisierte Getreidereste, Reisstroh und dergleichen eingesetzt werden, die in der Futtermittel-Industrie als Extraktrückstand anfallen.
- 28. Verwendung eines nach dem Verfahren eines der Ansprüche 1 bis 27 aus rindenfreien Weichholz-Chips (Fichte, Tanne), Deinking-Stoff oder technischer Cellulose gewonnenen Produkts als Holzschliff- und CTMP-Teilersatz für die Kartonagen-Industrie.
- 29. Verwendung eines nach dem Verfahren eines der Ansprüche 1 bis 27 aus Fichtenholz gewonnenen Produkts mit 50 bis 150 µm Faserlänge, einem Schüttgewicht von 90 bis 130 g/L sowie einem Weißgrad von 65 bis 69% ISO als Armierungsfaser für die Papier-Industrie.
- 30. Verwendung eines nach dem Verfahren eines der Ansprüche 1 bis 27 gewonnenen Produkts einer Faserlänge von 50 bis 150 μm respektive 150 bis 600 μm zur Papierherstellung und auf Pulpern und Dispergern der Kartonagen-Industrie sowie als Extender für Deinking-Stoffe.
- 31. Verwendung von nach dem Verfahren eines der Ansprüche 1 bis 27 gewonnenem Fichtenholzmehl mit < 5% Siebrückstand auf 32 μm, D50 15 bis 20 μm, 220 bis 320 g/L Schüttgewicht und einem Weißgrad von 67 bis 72 % ISO bei der Herstellung von Papier, Faltschachtelkarton, sonstigem Verpackungskarton, Dekorpapier, Papierchemikalien, Durchschreibepapieren, Polyuretanleder, Schweißelektroden, Kunststoff-Folien, Biopolymeren, PP-Extrudaten und Laminierharzen.
- 32. Verwendung von nach dem Verfahren eines der Ansprüche 1 bis 27 aus Getreidestroh, Haferschalen, Dinkelspelzen, Reisschalen, Psyllium Seeds, Sojaschalen gewonnenen Getreide- und Pflanzenfasern, welche mechanisch gereinigt, gewaschen und von Stärke befreit worden sind, als diätetische Lebensmittelfaser, als Verdicker in Ballaststoff-Drinks sowie für Nahrungsergänzungsmittel-Tabletten.
- 33. Verwendung von nach dem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 27 aus Getreidestroh, Haferschalen, Dinkelspelzen, Reisschalen, Psyllium Seeds, Sojafasem gewonnenen Getreidefasern, welche mechanisch gereinigt, gewaschen und von Stärke befreit worden sind oder aus demineralisierten, mit Salpetersäure, Schwefelsäure und/oder weiteren Mineralsäuren umgesetzten Getreideresten, Reisstroh, Haferspelzen, die auch extrahiert sein können in der Anschwemmfiltration sowie als Entwässerungshilfsmittel und Presshilfsmittel in der Lebensmittel-Industrie.
- 34. Verwendung von α -Cellulose, welche nach dem Verfahren eines der Ansprüche 1 bis 27 aus Hartholz-Extraktionsrückstand gewonnen wurde und einen Weißgrad von mindestens 78% ISO bei einem α -Cellulosegehalt über 90% aufweist, für die Herstellung von mikrokristalliner Cellulose (MCC) für die Pharma-Industrie (Direkttablettierung) sowie für PU-Leder.
- 35. Verwendung von α-Cellulose, welche nach dem Verfahren eines der Ansprüche 1 bis 27 aus Hartholz-Extrak-

tionsrückstand gewonnen wurde und einen Weißgrad von mindestens 78% ISO bei einem α -Cellulosegehalt über 90% aufweist, für die Herstellung von Cellulose-Gelen aus mikrokristalliner Cellulose.

- 36. Verwendung von Walnuss-Schalenmehlen, die nach dem Verfahren eines der Ansprüche 1 bis 27 aus Walnuss-Schalenmehl mit 300 bis 800 µm Partikelgröße, einer Schüttdichte von 350 bis 500 g/L und einem Weißgrad von 54 bis 68 ISO für Handwaschpasten sowie für die Rommelung von Metallteilen.
- 37. Verwendung einer teilweise löslichen Getreidefaser, die nach dem Verfahren eines der Ansprüche 1 bis 27 aus demineralisierten, mit Salpetersäure, Schwefelsäure und/oder weiteren Mineralsäuren umgesetzten Getreideresten, Reisstroh oder Haferspelzen, die auch extrahiert sein können, für die Herstellung von Getreiderfaser-Gelen auf MCC-Basis als Synergist zu Xanthan, CMC und anderen handelsübliche Hydrokolloiden.
- 38. Gebleichte Faser aus Fichtenholz mit einer Faserlänge von 50 bis 150 μm, einem Schüttgewicht von 90 bis 130 g/L sowie einem Weißgrad von 65 bis 69% ISO.
 - 39. Gebleichtes Fichtenholzmehl mit einem Siebrückstand auf 32 μ m von weniger als 5%, einem D50 von 15 bis 20 μ m, einem Schüttgewicht von 220 bis 330 g/L und einem Weißgrad von 67 bis 72% ISO.
 - 40. Gebleichtes Walnuss-Schalenmehl mit einer Partikelgröße von 300 bis 800 μm, einem Schüttgewicht von 350 bis 500 g/L und einem Weißgrad von 54 bis 68% ISO.
 - 41. Gebleichte α -Cellulose aus Hartholz-Extraktionsrückstand mit einem Weißgrad von mindestens 78% ISO bei einem α -Cellulosegehalt über 90%.
 - 42. Gebleichte, teilweise lösliche Getreidefaser aus demineralisierten, mit Salpetersäure, Schwefelsäure und/oder weiteren Mineralsäuren umgesetzten Getreideresten, Reisstroh oder Haferspelzen, die auch extrahiert sein können.

6

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65